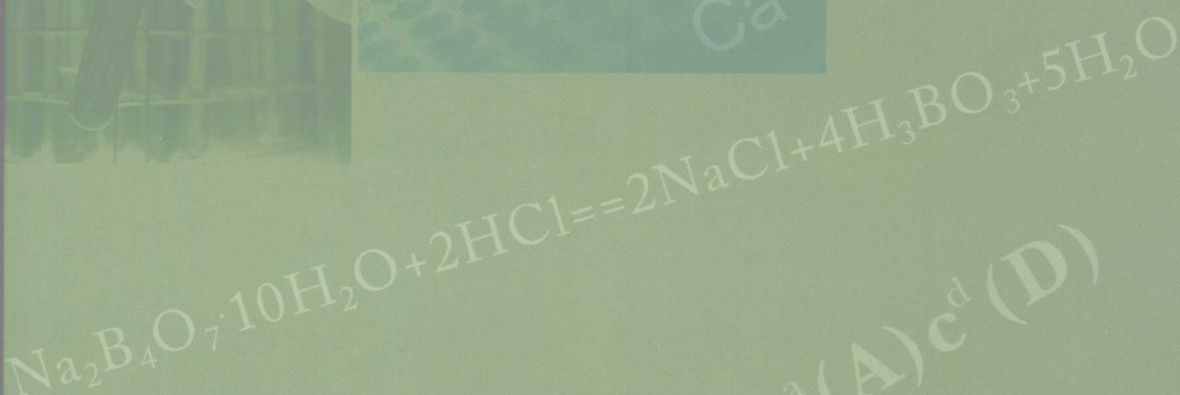
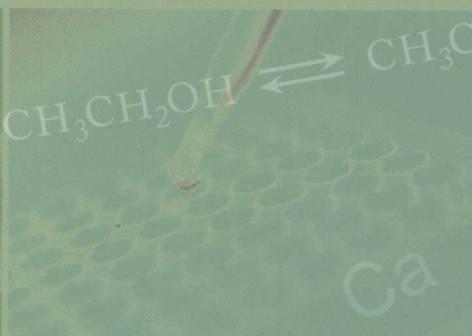
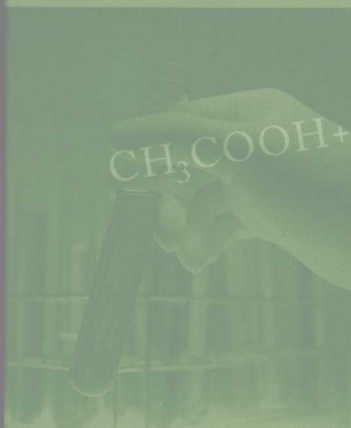


化学实验指导

李 科 主 编



$$V = kc^a(\text{A})c^d(\text{D})$$

中国农业出版社

化学实验指导

李 科 主编

中 国 农 业 出 版 社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学实验指导 / 李科主编. —北京: 中国农业出版社,
2008.10

ISBN 978-7-109-12937-5

I. 化… II. 李… III. 化学实验 IV.06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 140446 号

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)
(邮政编码 100125)
责任编辑 曾丹霞

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行
2008 年 12 月第 1 版 2008 年 12 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 15.75

字数: 300 千字

定价: 27.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内 容 简 介

本书是将普通化学、分析化学、有机化学、物理化学的实验进行筛选、更新、综合，形成的一套全新的、与后续课程紧密联系的化学实验课程体系。全书共分为四章：第一、第二章主要讲述化学实验的基础知识和基本操作；第三章为化学实验操作技术，共涉及 60 个实验项目，其中有 7 个综合性、设计性实验；第四章为附录，主要为化学实验中常用的数据，以便查阅。

本书适用于农学、园艺、植保、农业资源与环境、食品科学、生命科学、动物科学、水产养殖、食品质量与安全、酿酒等各专业本、专科生。

前 言

实验教学是高等院校培养学生科学思维与方法、创新意识与能力，全面推进素质教育的最基本的教学形式。实验教学有其自身的系统性与教学规律，其作用是理论教学所无法取代的。如何保持实验自身的独立性和系统性，充分地发挥它在人才培养中的巨大作用，是目前实验课程改革的研究方向。

本书的编写是经过大量调查、分析研究，并借鉴其他高校在实验教学改革方面的经验，结合多年的教学实践经验，边研究、边实践、边探索、边修正的结果。

本书立足于课程的整体性和基础性，着重于培养学生的创新精神和创新能力，将原来彼此独立、条块分割的普通化学、分析化学、有机化学、物理化学实验进行筛选、更新、综合，形成一套全新的、与后续课程紧密联系的化学实验课程体系。

本书力求体现高等农林专业特色，以实验操作技术为主线，精选教材内容，由浅入深、循序渐进，力求具有较高的思想性、科学性、先进性和实用性。为方便教学，在编写方法上，仍采用以实验项目为主线的编写方法，并增加了综合性和设计性实验的内容。在实验手段的介绍上，强调知识的完整性，而在实验项目的安排上，贴近农林生产实际，尽量减少昂贵和有毒试剂的使用，力求实验项目绿色环保、试剂装置微型化。根据实验独立设课的原则，第一、第二章主要讲述化学实验的基础知识和基本操作；第三章为化学实验操作技术，共涉及60个实验项目，其中有7个综合性、设计性实验；第四章为附录，主要为化学实验中常用的数据。

本书适用于农学、园艺、植保、农业资源与环境、食品科学、生命科学、动物科学、水产养殖、食品质量与安全、酿酒等各专业本、专科生。

本书编写过程中，陇东学院农林科技学院的领导、后续专业课教师给予了大力支持并提出很多宝贵建议，在此表示感谢！

本书在编写过程中虽经多次讨论修改，但限于编者水平，书中缺点在所难免，希望广大读者提出宝贵意见，以便进一步完善和修改。

编 者

2008年5月6日

目 录

前言

第一章 化学实验基础知识	1
第一节 化学实验课程的目的	1
第二节 化学实验课程的要求	1
第三节 化学实验中的测量、数据记录与实验结果的表达	4
第四节 化学实验成绩的评定	13
第五节 实验室的安全与环保	15
第二章 化学实验基本操作	20
第一节 实验室中常用器皿的认识	20
第二节 化学试剂的取用	29
第三节 加热、致冷及干燥技术	31
第四节 物质分离与提纯技术	42
第三章 化学实验操作技术	70
第一节 基本操作	70
实验一 玻璃仪器的加工和塞子钻孔	70
实验二 仪器的认领、洗涤、干燥及滴定的基本操作	72
实验三 分析天平的使用与称量练习	76
实验四 酸碱滴定练习和比较滴定	81
实验五 蒸馏与分馏	84
实验六 水蒸气蒸馏	88
实验七 色谱法——柱色谱和薄层色谱	91
第二节 物质的物理常数的测定	95
实验八 化学反应速率与活化能	95
实验九 凝固点降低法测定摩尔质量	99

实验十 化学反应焓变的测定	102
实验十一 HAc 电离度和离解常数的测定	104
实验十二 熔点、沸点测定	106
第三节 物质的性质	110
实验十三 胶体溶液	110
实验十四 电解质溶液	112
实验十五 常见离子的鉴定	115
实验十六 有机化合物官能团的性质	120
实验十七 糖和蛋白质的性质	127
第四节 物质的定量分析	131
实验十八 酸碱标准溶液的配制与标定	131
实验十九 氨水中氮含量的测定 (返滴定法)	135
实验二十 混合碱样的分析 (双指示剂法)	137
实验二十一 食用醋中总酸度的测定 (微型滴定法)	140
实验二十二 铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	142
实验二十三 莫尔法测定氯离子	144
实验二十四 EDTA 标准溶液的配制与标定	147
实验二十五 自来水硬度的测定 (配位滴定法)	150
实验二十六 混合液中铅、铋的连续滴定	153
实验二十七 亚铁盐中铁的测定 (重铬酸钾法)	156
实验二十八 双氧水中 H_2O_2 含量的测定 (高锰酸钾法)	158
实验二十九 污水中化学耗氧量 (COD) 的测定	161
实验三十 维生素 C 含量的测定 (碘滴定法)	164
实验三十一 胆矾中 Cu 的测定 (滴定碘法)	166
实验三十二 pH 的测定 (直接电位法)	169
实验三十三 邻二氮菲分光光度法测定铁	170
实验三十四 钼蓝分光光度法测定磷	174
第五节 物质的制备	176
实验三十五 环己烯的制备 (分子内脱水反应)	176
实验三十六 1-溴丁烷的制备 (亲核取代反应)	178
实验三十七 三苯甲醇的制备 (亲核加成反应)	180
实验三十八 正丁醚的制备 (分子间脱水反应)	182
实验三十九 苯乙酮的制备 (付-克酰基化反应)	184
实验四十 苯甲酸和苯甲醇的制备 (Cannizzaro 反应)	186

实验四十一 己二酸的制备 (氧化反应)	188
实验四十二 肉桂酸的制备 (Perkin 反应)	189
实验四十三 乙酰水杨酸 (阿司匹林) 的制备 (乙酰化反应)	190
实验四十四 乙酸乙酯的制备 (酯化反应)	193
实验四十五 乙酸正丁酯的制备 (酯化反应)	194
实验四十六 乙酰乙酸乙酯的制备 (Claisen 酯缩合反应)	196
实验四十七 乙酰苯胺的制备 (乙酰化反应)	198
实验四十八 对氨基苯磺酰胺 (磺胺) 的制备 (氯磺化反应)	200
实验四十九 甲基橙的制备 (重氮盐偶联反应)	202
实验五十 2,4-二氯苯氧乙酸的制备 (混醚的制备)	204
实验五十一 从槐花米中提取芦丁	206
实验五十二 从茶叶中提取咖啡因	209
实验五十三 油料作物中粗脂肪的提取	211
第六节 综合性、设计性实验	213
实验五十四 粗食盐的提纯及产品检验 (综合性实验)	213
实验五十五 硫代硫酸钠的制备及产品检验 (综合性实验)	216
实验五十六 硫酸亚铁铵的制备及其纯度检验 (综合性实验)	218
实验五十七 硫酸铜的制备 (设计性实验)	221
实验五十八 化学基本原理和性质 (设计性实验)	221
实验五十九 醇、酚、醛、酮、羧酸未知液的分析 (设计性实验)	222
实验六十 从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定 (综合性实验)	223
第四章 附录	225
一、国际原子质量表 (1985 年)	225
二、常见化合物的相对分子质量	226
三、常见酸在水溶液中的电离常数 (25℃)	229
四、常见碱在水溶液中的电离常数 (25℃)	230
五、常用酸、碱溶液的浓度及其配制	230
六、常见难溶电解质的溶度积常数 (25℃)	232
七、常见无机化合物在水中的溶解度	233
八、常见缓冲溶液的配制	235
九、标准 pH 溶液的配制	235
十、常用指示剂	236
十一、化学实验报告样例	241
主要参考文献	243

第一章 化学实验基础知识

第一节 化学实验课程的目的

化学是建立在实验基础上的科学，化学的发展已经进入到理论与实验并重的阶段。在推进全面素质教育的形势下，化学实验作为农学、园艺、植保、农业资源与环境、生命科学、食品科学、动物科学、食品质量与安全、酿酒等专业的一门重要基础课，打破了原无机化学、有机化学、分析化学、物理化学四门化学实验课程自成体系的系统，对技能训练进行科学组合，使之融为一体，重新组织实验课教学。通过实验教学应达到以下目的：

(1) 完成从感性认识到理性认识的过渡。通过实验，可以直接获得大量的化学事实，验证、巩固、加深课堂上讲授的基本理论和基础知识，并扩展课堂所获得的知识。

(2) 培养学生掌握常用的化学实验操作技能，熟悉常用仪器的使用方法，获得准确的实验数据和结果。

(3) 通过实验，使学生明确滴定过程中的误差，建立“量”的概念，并对有关物质的浓度、质量、含量能正确地进行运算。

(4) 通过实验，培养学生独立工作和独立思考的能力。如独立准备和进行实验的能力，细致地观察和记录现象、归纳、综合、正确处理数据的能力，分析实验和用文字表达实验结果的能力，用所学理论解释某些现象以及一定的组织实验、研究实验的能力。

(5) 通过实验，培养学生严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风，为学习其他课程打下坚实的基础。

第二节 化学实验课程的要求

一、实验前的准备工作

1. 实验前充分预习 一次成功的实验，开始于实验前的充分准备，没有

准备就盲目地到实验室现看现做，一定不会收到好的效果。预习工作可以归纳为“看、查、写”。

(1) 看 认真阅读本书有关章节、有关教科书、参考资料，观看操作录像、CAI 课件，使基本操作规范化，力求做到目的明确、理论透彻、做法清楚。必须掌握实验原理，了解实验内容，熟悉操作步骤以及数据的处理方法，预习基本操作和仪器的使用，指出实验中注意事项，合理安排时间（实验工作的顺序和交叉进行），回答实验教材中的思考题。只有这样，才可以避免机械地履行手续，照方抓药，知其然不知其所以然的现象。

(2) 查 从手册或资料中查出实验中所需数据或常数。

(3) 写 在充分预习的基础上写好实验提纲。实验提纲不是照抄实验教材的内容，而是它的提炼、简化，是通过自己的理解写出来的，能使自己一目了然。一般可以写在实验记录本上，并留下一些准备添入实验现象和数据的空间，以便省去在实验室作记录的麻烦。

2. 进入实验室后 按照预习要求清点所需仪器、试剂是否齐全，将所需仪器、试剂有序地摆放好；有需要刷洗的仪器可以进行刷洗，做好实验前的准备。

二、实验中的工作

实验的成败和效率高低同实验者的科学习惯和操作技术有直接的关系。在初学者中由于不注意这些问题而导致失败的现象屡见不鲜。为此，要求实验者应做到以下几点：

1. 清洁整齐，有条不紊 化学实验大都是利用化学反应进行的，而化学反应的灵敏性很高。所以要求使用的仪器都必须清洁。否则，无意中带入了其他杂质，会使实验现象难于理解。不仅如此，化学实验内容多，所用仪器也多，操作手续繁杂。因此要求有条不紊的工作秩序，各种试液标记清楚，放到固定位置；对不能混用的仪器要严格分开使用；各种试剂的取用规则、各种仪器的操作要领等都必须严格遵守。

2. 细致观察，深入思考 按拟定的实验步骤独立操作，既要大胆，又要细心，仔细观察实验现象，认真测定实验数据，并做到边实验、边思考、边记录。细致的观察，是掌握和积累知识的重要手段。没有直接观察，仅仅记熟了书本上的描述，还不算完全的知识。例如，同样是白色沉淀， AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 都各不相同。它们的区别，只有通过实际的细致观察才可以得到明确的印象。观察也是发现问题、解决问题的开始。有了问题就要深入思考，实

事求是地去解决。在实验室中进行实验时,由于种种难于一一列举的原因,所观察到的现象有时可能与书上记载的不尽相同。对于这种差异决不可忽视,更不能简单地照着书上写的去更改自己的实验记录。这时,要运用自己各方面的知识去设法弄清楚。应当知道,每弄清一次这种不一致的原因,都会取得知识上的更大进步。

3. 尊重事实,准确记录 观察的现象,测定的数据,要记录在报告本上。不用铅笔记录,不记在草稿纸、小纸片上。实验记录要忠于观察到的实验事实,如实反映实验中的重要操作、发生的现象、得到的数据和结果等。不凭主观意愿删去自己认为不对的数据,不得涂改或用橡皮擦拭原始数据,如有记错可在原始数据上划一道杠,再在旁边写上正确值。既要避免繁琐,又要防止空洞。太空洞的记录日后无法据其写好实验报告、复习实验内容、总结实验经验,从而也就失去了实验记录的作用。

4. 勤于思考,解决问题 实验中要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。碰到疑难问题,可查资料,亦可与教师讨论,获得指导。如对实验现象有怀疑,在分析和查找原因的同时,可以做对照试验、空白试验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到有益的结论。如果实验失败,要检查原因,经教师同意后重做实验。

三、实验后的结束工作

完成了规定的实验内容,仅是完成实验的一半,结束工作包括:

1. 提交原始数据 实验完成后,要求学生将实验的原始数据交给老师检查并登记,老师认可后,学生才能清理实验台面。

2. 清洗仪器,整理试剂 完成实验后,要把用过的仪器清洗干净,放回原处;试剂架上的试剂要放回原来的位置;检查试剂瓶塞、滴管有无缺损;如有缺损要及时更换,用完的试剂也要及时添足。

3. 清理环境,检查安全 将实验台擦拭干净,实验室要认真清扫,按要求处理好废液。然后检查水、电开关,关好门窗后离开实验室。

4. 及时完成实验报告 写好实验报告,是科学训练的重要内容,是对有关内容的一次很好的复习、巩固和提高。一定要认真写,及时交。

对实验报告的要求是:正确而又清晰,简明而又深入。实验步骤是必不可少的,重要的是分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。要做到:

(1) 认真、独立完成实验报告 对实验现象进行解释,写出反应式,对实

验数据进行处理（包括计算、作图、误差分析），得出结论。

(2) 分析产生误差的原因 对实验现象以及出现的一些问题进行讨论，提出自己的见解；敢于对实验提出改进的意见或建议。

第三节 化学实验中的测量、数据记录与实验结果的表达

一、化学实验中的测量

在化学实验中，经常需要量取或者测量物质的各种物理量和参数。常见的测量方法可归纳为直接测量法和间接测量法两类。使用各种量器量取物质和使用某种仪器直接测定出物理量的结果都称为直接测量。直接测量是最基本的测量操作，如用量筒量取某液体的体积、用温度计测定反应温度等。某些物理量需要进行一系列直接测量后，再根据化学原理、计算公式或图表经过计算才能得到结果，如平衡常数、反应速率、定量分析结果等都属于间接测量。

在测量实验中，一个结果是经过多次测量（如称量质量或测量体积）或一系列的操作步骤而获得的。由于测试方法本身的局限性，使用的测量仪器不可能绝对精密，试剂也不是绝对纯净，加之环境条件和个人操作技术的限制，因此测定结果和真实值之间总是存在差值，这个差值称为误差。即使同一个人用同一方法和仪器，对同一试样进行多次平行测定，测定结果也不会完全一样。这就是说，误差是客观存在的。因此既要掌握各种测定方法，又要对测量结果进行评价。分析测量结果的精密度、误差的大小及其产生的原因，才能不断提高测量结果的准确度。

(一) 误差的分类

根据误差的性质和产生的原因，将误差分为系统误差和随机误差两大类。

1. 系统误差 系统误差是由某些经常的、固定的原因所引起的误差，如实验方法，所用仪器、试剂，实验条件的控制以及实验者本身的一些主观因素造成的。它对分析结果的影响比较固定，在同一条件下重复测定时会重复出现，误差的正负、大小一定，具有重复性和单向性。因此系统误差是可测的，有时又叫可测误差。

2. 随机误差 随机误差是由一些不易预测的偶然因素所引起的误差，因此也叫偶然误差。例如测量时环境的温度、湿度、气压的微小波动、仪器性能

的微小变化等引起的误差。这类误差对分析结果的影响不固定，时大时小，时正时负，难以预测和控制，所以又叫不可测误差。表面看来，随机误差似乎没有规律可循，但如果在消除系统误差以后，对同一试样进行多次重复测定，便会发现随机误差的分布遵从如下统计规律：

(1) 大小相等的正负误差出现的概率相等。

(2) 小误差出现的概率大，大误差出现的概率小，特大误差出现的概率更小。

应该指出的是，系统误差和随机误差都是指正常操作情况下产生的。由于实验人员操作不正确或粗心大意而造成的过失，例如溶液溅失、加错试剂、读错刻度、记录错误等，这些都是不应有的过失，不属于误差讨论的范畴。只要分析人员加强责任感，严格遵守操作规程，认真仔细地进行实验，做好原始记录，反复核对，这些过失是完全可以避免的。

(二) 误差的表示方法

1. 真实值、平均值和中位值的含义

(1) 真实值 是一个客观存在的真实数值，但又不能直接测定出来。如一个物质中的某一组分含量，应该是一个确切的真实数值，但又无法直接确定。由于真实值无法知道，往往都是进行多次平行实验，取其平均值或中位值作为真实值，或以公认的手册上的数据作为真实值。

(2) 平均值 是指算术平均值 ($\bar{X}$)，即测定值的总和除以测定总次数所得的商。

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \cdots + X_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

式中， X_i 为各次测定值； n 为测定次数。

(3) 中位值 将一系列测定数据按大小顺序排列时的中间值。若测定的次数是偶数，则取正中两个值的平均值。

2. 准确度和精密度

(1) 准确度 准确度是指测定值 (X_i) 与真实值 (简称真值， T) 之间符合的程度。准确度用误差来表示，测定值与真值之差称绝对误差 (E)。

$$E = X_i - T$$

误差除用绝对误差表示外，也可用相对误差来表示。相对误差 (E_r) 是指绝对误差与真值的比值。

$$E_r = \frac{X_i - T}{T} \times 100\%$$

误差小,说明测定结果与真值接近,测定准确度高;误差大,说明测定结果准确度低。若测定值大于真值,误差为正值;反之,误差为负值。

(2) 精密度 精密度是指在相同条件下多次测量结果互相吻合的程度,表现了测定结果的再现性。精密度用偏差来表示,偏差愈小,说明测定结果的精密度愈高。

① 偏差 偏差分绝对偏差(d_i)和相对偏差(d_r)。绝对偏差是某个测定值(X_i)与多次测定结果的平均值($\bar{X}$)之差。

$$d_i = X_i - \bar{X}$$

相对偏差则是绝对偏差占平均值的百分数。

$$d_r = \frac{d_i}{\bar{X}} \times 100\%$$

绝对偏差和相对偏差都是表示单次测量结果对平均值的偏差。为了衡量一组数据的精密度,可用平均偏差。平均偏差是指各次偏差绝对值的平均值。

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n}$$

相对平均偏差则是平均偏差占平均值的百分数。

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{X}} \times 100\%$$

② 标准偏差(或标准差、均方差) 在一系列测定结果中,总是小偏差占多数,大偏差占少数,如果按总的测定次数求平均偏差,所得结果会偏小,大偏差得不到应有的反映。为了更好地说明数据的分散程度,就应采用标准偏差来衡量精密度。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}}$$

相对标准偏差(又称变异系数),它是标准偏差占平均值的百分数。

$$C_v = \frac{s}{\bar{X}} \times 100\%$$

标准偏差比平均偏差更能灵敏地反映出测定结果的精密度。因为将各次测定的偏差平方以后,较大的偏差更显著地反映出来。因而能更清楚地说明数据的离散度。

(3) 相差 只测定两次的例行分析。

$$\text{相差} = |X_1 - X_2|$$

$$\text{相对相差} = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \times 100\%$$

(4) 极差 一组平行测定值中最大值与最小值之差。

$$R = X_{\max} - X_{\min}$$

极差越大,表明数据间的分散程度越大,精密度越低。

准确度和精密度是两个不同的概念,它们是实验结果好坏的主要标志。在实际工作中,最终的要求是测定准确,要做到准确,首先要做到精密度好,没有一定的精密度,也就很难谈得上准确。但是,精密度高的不一定准确,这是由于可能存在系统误差。控制了偶然误差,就可以使测定的精密度好,只有同时校正了系统误差,才能得到既精密又准确的分析结果。

(三) 提高测量结果准确度的方法

在测量过程中,提高准确度的关键是尽可能地减少系统误差。系统误差总是以相同的符号出现,在相同的条件下重复实验无法消除。可以通过选择合适的方法、测量前对仪器进行校正、使用标准样品,或修正计算公式来消除。

1. 选择合适的实验方法 根据对实验结果准确度的要求,选择不同的实验方法。例如,合成化学实验经常使用化学纯试剂;对准确度要求不高时,可以使用普通度量仪器。分析化学和物理化学常数测定实验要求实验结果有很高的准确度,因此对实验方法的选择有很高的要求。例如在分析化学中,依据试样中有效成分含量的高低,要选择不同的分析方法。通常试样的含量大于1%时,可以选用容量分析法和重量分析法,这些方法的准确度可以达到相对误差 $\leq 0.1\%$;当试样的含量小于1%时,采用仪器分析方法,准确度可以达到相对误差大约为 $\pm 2\%$ 。

2. 减小测量误差 容量分析方法的主要误差来源是称量误差和滴定误差。尽可能减小称量误差和滴定误差,就能提高容量分析法的准确度。减小称量误差和滴定误差,保证容量分析方法有足够的准确度(即相对误差 $\leq 0.1\%$),要求试样的称样量或者试液的滴定消耗体积不得低于一个最小值。

对于滴定误差,读取一个体积,至少产生 $\pm 0.02 \text{ mL}$ 的误差,因此,滴定所消耗的最小体积是

$$\frac{\pm 0.02 \text{ mL}}{V_{\min}} \times 100\% \leq \pm 0.1\% \quad V_{\min} \geq 20 \text{ mL}$$

对于称量误差,读取一个质量,至少产生 $\pm 0.0002 \text{ g}$ 的误差,因此,称量所需的最小质量为

$$\frac{\pm 0.0002 \text{ g}}{m_{\min}} \times 100\% \leq \pm 0.1\% \quad m_{\min} \geq 0.2 \text{ g}$$

由此可知,容量分析中,称样量不得少于 0.2 g,滴定消耗体积不得低于 20 mL,才能保证分析误差小于 0.1%。

3. 校准仪器 仪器不准引起的误差,可通过校准仪器来减免。如移液管和容量瓶的相对校准、滴定管的体积校准、砝码的质量校准等。一般情况下,准确度要求不高(相对允许误差 $\geq \pm 1\%$)时,正常工作的仪器、器具的精度能够满足我们的要求,可不必校准。但是对于有特殊要求的实验及准确度要求较高的测量,要对选用的仪器,如天平及砝码、滴定管、移液管、容量瓶、温度计等进行校正。

4. 空白试验 在不加待测组分的情况下,按分析方法所进行的试验称为空白试验。空白试验所测得的值叫空白值。空白试验可以检验和减免由试剂、蒸馏水不纯,或仪器带入的杂质所引起的误差。从试样的分析结果中扣除空白值,就可以得到比较准确的结果。空白值一般不应很大,否则应采用提纯试剂或改用适当试剂和选用适当仪器的方法来减小空白值。

5. 对照试验 常用已知准确含量的标准试样代替试样,在完全相同的条件下进行测定,从而估计分析方法的误差,同时引入校正系数来校正分析结果。也可用国家颁布的标准方法或公认的经典方法与所拟定的方法进行对照,或不同实验室、不同分析人员分析同一试样来进行对照。

$$\text{校正系数} = \frac{\text{标准试样含量}}{\text{标准试样分析结果}}$$

6. 增加平行测定次数 由随机误差的性质可知,在减免了系统误差的情况下,测定的次数越多,则分析结果的算术平均值越接近真实值。因此,随机误差可以用多次平行测定取平均值的方法来减免。在定量分析中,通常要求平行测定 3~4 次。

利用空白、对照试验是消除系统误差的主要办法,也是解决分析实验中出现的問題的主要方法,而严格遵守操作规程和娴熟的实验技能是消除随机误差的关键。

二、数据的记录与有效数字

(一) 数据的记录

化学中的测量数据,既包含了量的大小、误差,又能反映出仪器的精密度,因而是具有物理意义的数值,与纯数学上的数值有很大区别。例如在数学上,我们不关心 2.5 和 2.500 0 的区别。但是在化学实验中,决不能将 2.5 g 与 2.500 0 g 等同。这不仅仅反映出测量误差不同(± 0.1 g, $\pm 4\%$ 与